

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-126232

(43)公開日 平成7年(1995)5月16日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup> 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所  
C 07 C 233/54 7106-4H  
B 41 M 5/30  
C 07 C 231/12  
231/24  
6956-2H B 41 M 5/18 108  
審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全16頁) 最終頁に続く

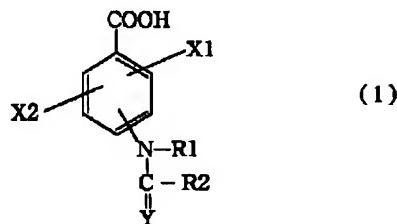
(21)出願番号	特願平5-276394	(71)出願人 000003126 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関三丁目2番5号
(22)出願日	平成5年(1993)11月5日	(71)出願人 000179904 山本化成株式会社 大阪府八尾市弓削町南1丁目43番地
		(72)発明者 大辻 淳夫 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(72)発明者 元島 敏博 神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井 東圧化学株式会社内
		(74)代理人 弁理士 若林 忠 最終頁に続く

(54)【発明の名称】 安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法

(57)【要約】

【構成】 一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物とを、水の存在下で反応させた後、熱処理する該安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法、およびアモルファスの該多価金属塩を、水の存在下に熱処理する該多価金属塩の結晶の製造方法。

【化1】



(式中、X1およびX2は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基またはニトロ基を表し、Yは酸素原子または硫黄原子を表し、R1は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を表し、R2はアルキル基、アルケニル基、アラルキル基またはアリール基を表す。)

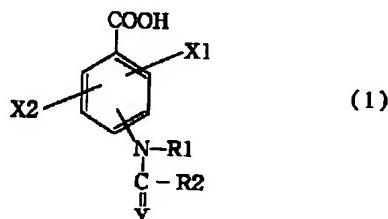
【効果】 記録材料用の電子受容性化合物として有用な安息香酸誘導体の多価金属塩およびその結晶を効率良く製造する。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物とを水の存在下で反応させた後、熱処理することを特徴とする一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法。

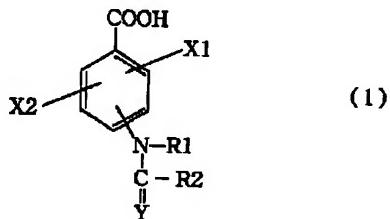
【化1】



(式中、X1およびX2は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基またはニトロ基を表し、Yは酸素原子または硫黄原子を表し、R1は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を表し、R2はアルキル基、アルケニル基、アラルキル基またはアリール基を表す)

【請求項2】一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体を、水の存在下に熱処理することを特徴とする一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶の製造方法。

【化2】



(式中、X1およびX2は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基またはニトロ基を表し、Yは酸素原子または硫黄原子を表し、R1は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を表し、R2はアルキル基、アルケニル基、アラルキル基またはアリール基を表す)

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、記録材料用の電子受容性化合物として有用な安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、電子供与性発色性化合物と電子受容性化合物(顔色剤)との呈色反応を利用した感熱記録材料はよく知られている(例えば、特公昭43-4160号公報、特公昭45-14039号公報)。感熱記録材料は、比較的安価であり、また、記録機器がコンパクトで且つメンテナンスフリーであるという利点があるため、ファクシミリ、記録計、プリンター等の分野に

10

おいて幅広く利用されている。また最近では、感熱記録材料の利用分野はさらに広がり多様化しており、より過酷な環境下での用途(例えば、ラベル、プリペイドカード等)へと広がっている。従来、電子受容性化合物としては、フェノール性化合物が広く使用されており、中でも、2,2-ビス(4'-ヒドロキシフェニル)プロパン("ビスフェノールA")、4-ヒドロキシ安息香酸エステル類(特開昭56-144193号公報、特公平1-30640号公報)等を電子受容性化合物として使用する感熱記録材料が知られている。しかしながら、ビスフェノールAや4-ヒドロキシ安息香酸ベンジルエステルなどを電子受容性化合物として使用した感熱記録材料は、例えば、過酷な環境下(例えば、油、溶剤、可塑剤、油脂、蛍光ペン等の筆記具等との接触下あるいは高温多湿の環境下)において、その未発色部が著しく汚染(地汚れ)されたり、また発色画像が褪色したりする等の欠点がある。

20

【0003】これらの欠点を改良するものとして、本発明者等は、アミド基で置換された安息香酸誘導体または該誘導体の多価金属塩を電子受容性化合物として用いることにより、未発色部および発色画像の保存安定性(例えば、耐油性、耐湿熱性、耐筆記具性)に優れた感熱記録材料が得られることを見い出し、先に出願した(特願平5-219559号)。このアミド基を有する安息香酸誘導体の多価金属塩(例えば、亜鉛塩)は、対応する安息香酸誘導体のアルカリ金属塩(例えば、ナトリウム塩)の水溶液に、室温付近で水溶性の多価金属化合物(例えば、硫酸亜鉛)を作用させる、いわゆる、複分解法による製造法により製造することができる。しかし、この方法では、生成した安息香酸誘導体の多価金属塩を濾過により分離、単離する際に、濾過性が悪く、濾過工程に長時間を要し、作業効率、生産効率の低下を招いていた。

30

【0004】また、この安息香酸誘導体の多価金属塩(例えば、亜鉛塩)は、製造条件、乾燥条件等により、時としては、アモルファス(無定型)体が生成することが判明した。さらにはまた、このアモルファス体は、嵩密度が低いため、感熱記録材料用の電子受容性として使用するに際して、例えば、計量時または輸送時において空気中に飛散するなど、取り扱い上の作業性に問題があった。そのため、該多価金属塩のアモルファス体から結晶への効率的な変換方法が望まれていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、前記の問題点を解決し、記録材料(例えば、感熱記録材料)用の電子受容性化合物として有用な安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法および該多価金属塩の結晶の製造方法を提供することである。

【0006】

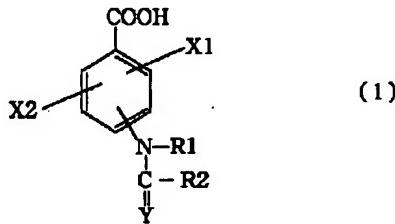
【課題を解決するための手段】本発明者等は、上述の要

50

望にこたえるべく、安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法に関し鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、本発明は、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物とを水の存在下で反応させた後、熱処理することを特徴とする一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法に関するものである。また、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体を、水の存在下に熱処理することを特徴とする一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶の製造方法に関するものである。

【0007】

【化3】



(式中、X1およびX2は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基またはニトロ基を表し、Yは酸素原子または硫黄原子を表し、R1は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を表し、R2はアルキル基、アルケニル基、アラルキル基またはアリール基を表す) 本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体において、X1およびX2は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、アリール基またはニトロ基を表し、好ましくは、水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、炭素数1～20の鎖状アルキル基、炭素数5～14の環状アルキル基、炭素数1～20のアルコキシ基、炭素数7～20のアラルキル基、炭素数5～20のアリール基またはニトロ基であり、より好ましくは、水素原子、塩素原子、炭素数1～4のアルキル基、炭素数1～4のアルコキシ基、ベンジル基、フェニル基またはニトロ基であり、特に水素原子は好ましい。

【0008】一般式(1)において、Yは酸素原子または硫黄原子を表し、好ましくは、酸素原子である。

【0009】一般式(1)で表される安息香酸誘導体において、R1は水素原子、アルキル基、アラルキル基またはアリール基を表し、好ましくは、水素原子、炭素数1～20の鎖状アルキル基、炭素数5～14の環状アルキル基、炭素数7～20のアラルキル基または炭素数5～20のアリール基であり、より好ましくは、水素原子、炭素数1～8の鎖状アルキル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、ベンジル基または置換基を有してもよいフェニル基であり、さらに好ましくは、水素原子、炭素数1～4のアルキル基またはフェニル基であり、特に好ましくは、水素原子であ

10

20

30

40

50

る。

【0010】一般式(1)で表される安息香酸誘導体において、R2はアルキル基、アルケニル基、アラルキル基またはアリール基を表し、好ましくは、置換基を有してもよい鎖状アルキル基、置換基を有してもよい環状アルキル基、置換基を有してもよい環状アルケニル基、置換基を有してもよいアラルキル基、置換基を有してもよいフェニル基、置換基を有してもよいナフチル基または置換基を有してもよい複素芳香環基である。

【0011】R2のアルキル基およびアルケニル基は置換基を有してもよく、例えば、炭素数1～20のアルコキシ基、炭素数2～20のアルコキシアルキルオキシ基、炭素数2～20のアルケニルオキシ基、炭素数8～20のアラルキルオキシ基、炭素数6～20のアリールオキシ基、炭素数7～20のアリールオキシアルコキシ基、炭素数8～20のアリールアルケニル基、炭素数9～20のアラルキルアルケニル基、炭素数1～20のアルキルチオ基、炭素数2～20のアルコキシアルキルチオ基、炭素数2～20のアルキルチオアルキルチオ基、炭素数2～20のアルケニルチオ基、炭素数7～20のアラルキルチオ基、炭素数8～20のアラルキルオキシアルキルチオ基、炭素数8～20のアラルキルチオアルキルチオ基、炭素数6～20のアリールチオ基、炭素数7～20のアリールオキシアルキルチオ基、炭素数7～20のアリールチオアルキルチオ基、ヘテロ原子含有の環状アルキル基、ハロゲン原子などの置換基で単置換あるいは多置換されていてもよい。

【0012】さらに、これらの置換基に含まれるアリール基はさらに炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数1～6のアルキルチオ基、炭素数7～10のアラルキル基、炭素数7～10のアラルキルオキシ基、水酸基、ハロゲン原子などで置換されていてもよい。

【0013】またR2のアラルキル基およびアリール基中のアリール基は置換基を有してもよく、例えば、炭素数1～20のアルキル基、炭素数2～20のアルケニル基、炭素数7～20のアラルキル基、炭素数6～20のアリール基、炭素数1～20のアルコキシ基、炭素数2～20のアルコキシアルキル基、炭素数2～20のアルケニルオキシ基、炭素数3～20のアルケニルオキシアルキル基、炭素数3～20のアルケニルオキシアルキルオキシ基、炭素数7～20のアラルキルオキシ基、炭素数8～20のアラルキルオキシアルキル基、炭素数8～20のアラルキルオキシアルキルオキシ基、炭素数6～20のアリールオキシ基、炭素数7～20のアリールオキシアルキル基、炭素数7～20のアリールオキシアルキルオキシ基、炭素数2～20のアルキルカルボニル基、

炭素数3～20のアルケニルカルボニル基、炭素数8～20のアラルキルカルボニル基、炭素数7～20のアリールカルボニル基、炭素数2～20のアルコキシカルボニル基、炭素数3～20のアルケニルオキシカルボニル基、炭素数8～20のアラルキルオキシカルボニル基、炭素数7～20のアリールオキシカルボニル基、炭素数2～20のアルキルカルボニルオキシ基、炭素数3～20のアルケニルカルボニルオキシ基、炭素数8～20のアラルキルカルボニルオキシ基、炭素数7～20のアリールカルボニルオキシ基、炭素数14～20のアラルキルオキシアラルキル基、炭素数1～20のアルキルチオ基、炭素数7～20のアラルキルチオ基、炭素数6～20のアリールチオ基、ニトロ基、ホルミル基、ハロゲン原子、水酸基、シアノ基などの置換基で単置換あるいは多置換されていても良い。

【0014】さらに、これらの置換基に含まれるアリール基はさらに炭素数1～6のアルキル基、炭素数1～6のアルコキシ基、炭素数1～6のアルキルチオ基、炭素数7～10のアラルキル基、炭素数7～10のアラルキルオキシ基、水酸基、ハロゲン原子などで置換されていても良い。

【0015】好ましくは、R2は置換基を有してもよい総炭素数1～24のアルキル基、置換基を有してもよい総炭素数2～24のアルケニル基、置換基を有してもよい総炭素数7～24のアラルキル基または置換基を有してもよい総炭素数6～24のアリール基である。

【0016】R2の具体例としては、例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、n-ペンチル基、イソペンチル基、n-ヘキシル基、1-メチルペンチル基、4-メチル-2-ペンチル基、2-エチルブチル基、n-ヘプチル基、1-メチルヘキシル基、n-オクチル基、1-メチルヘプチル基、2-エチルヘキシル基、n-ノニル基、2,6-ジメチル-4-ヘプチル基、3,5,5-トリメチルヘキシル基、n-デシル基、1-エチルオクチル基、n-ウンデシル基、1-メチルデシル基、n-ドデシル基、n-トリデシル基、n-テトラデシル基、n-ペンタデシル基、n-ヘキサデシル基、n-ヘプタデシル基、n-オクタデシル基、

【0017】シクロベンチル基、シクロヘキシル基、4-メチルシクロヘキシル基、3-メチルシクロヘキシル基、2-メチルシクロヘキシル基、2,5-ジメチルシクロヘキシル基、2,6-ジメチルシクロヘキシル基、3,4-ジメチルシクロヘキシル基、3,5-ジメチルシクロヘキシル基、3,3,5-トリメチルシクロヘキシル基、4-tert-ブチルシクロヘキシル基、3-tert-ブチルシクロヘキシル基、4-フェニルシクロヘキシル基、2-フェニルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基、シクロヘキシメチル基、2-シクロヘキシリエチル基、ポルネル基、イソボルネル基、2-ノルボルナンメチル基、1-アダマンチルメチル基、

【0018】ビニル基、アリル基、2-ブテニル基、3-ブテニル基、1-メチル-4-ペンテニル基、2-ペンテニル基、4-ペンテニル基、1-メチル-2-ブテニル基、2-ヘキセニル基、3-ヘキセニル基、4-ヘキセニル基、5-ヘキセニル基、2-ヘプテニル基、1-ビニルヘキシル基、3-ノネニル基、6-ノネニル基、9-デセニル基、10-ウンデセニル基、1-シクロヘキセニル基、

【0019】2-メトキシエチル基、2-エトキシエチル基、2-イソプロポキシエチル基、2-n-ブトキシエチル基、2-n-ペンチルオキシエチル基、2-n-ヘキシルオキシエチル基、2-n-ヘプチルオキシエチル基、2-n-オクチルオキシエチル基、2-n-デシルオキシエチル基、2-n-ドデシルオキシエチル基、2-シクロヘキシルオキシエチル基、3-メトキシプロピル基、3-エトキシプロピル基、3-n-ブロポキシプロピル基、3-n-ブトキシプロピル基、3-n-ヘキシルオキシプロピル基、3-n-オクチルオキシオブロピル基、3-シクロヘキシルオキシプロピル基、4-エトキシブチル基、5-メトキシペンチル基、6-エトキシヘキシル基、2-メトキシエトキシエチル基、2-エトキシエトキシエチル基、2-n-ブトキシエトキシエチル基、3-エトキシエトキシプロピル基、

【0020】2-アリルオキシエチル基、2-(4'-ペニテニル)オキシエチル基、3-アリルオキシプロピル基、4-アリルオキシブチル基、

【0021】2-ペニジルオキシエチル基、2-フェネチルオキシエチル基、2-(4'-メチルペニジルオキシ)エチル基、2-(4'-クロロペニジルオキシ)エチル基、3-ペニジルオキシプロピル基、4-ペニジルオキシブチル基、2-ペニジルオキシメトキシエチル基、2-(4'-メチルペニジル)オキシメトキシエチル基、

【0022】フェノキシメチル基、2-フェノキシエチル基、2-(4'-クロロフェニルオキシ)エチル基、2-(4'-メチルフェニルオキシ)エチル基、2-(4'-メトキシフェニルオキシ)エチル基、3-フェノキシプロピル基、4-フェノキシブチル基、6-(2'-クロロフェニルオキシ)ヘキシル基、2-フェノキシエトキシエチル基、2-(1'-ナフチルオキシ)エチル基、2-(2'-ナフチルオキシ)エチル基、3-(2'-ナフチルオキシ)プロピル基、

【0023】シンナミル基、2-メチルチオエチル基、2-エチルチオエチル基、2-n-ブチルチオエチル基、2-n-ヘキシルチオエチル基、2-n-オクチルチオエチル基、2-n-デシルチオエチル基、3-メチルチオプロピル基、3-n-ブチルチオプロピル基、4-エチルチオブチル基、4-n-ブロピルチオブチル基、4-n-ブチルチオブチル基、5-エチルチオベンチル基、6-メチルチオヘキシル基、6-エチルチオヘキシル基、6-n-ブチルチオヘキシル基、8-メチルチオオクチル基、2-メトキシエチルチオエチル基、2-エチルチオエチルチオエチル基、2-アリルチオエチル基、2-ペニジルチオエチル基、3-(4'-メチルペニジルチオ)プロピル基、4-ペニジルチ

オブチル基、2-ベンジルオキシエチルチオエチル基、3-ベンジルチオプロピルチオプロピル基、2-フェニルチオエチル基、2-(4'-メトキシフェニルチオ)エチル基、2-フェノキシエチルチオエチル基、3-(2'-クロロフェニルチオ)エチルチオプロピル基、

【0024】2-テトラヒドロフルフリル基、2-クロロエチル基、3-クロロプロピル基、2,2,2-トリクロロエチル基、7-クロロヘプチル基、8-クロロオクチル基、8-フルオロオクチル基、

【0025】ベンジル基、 $\alpha$ -メチルベンジル基、 $\alpha$ -エチルベンジル基、フェネチル基、 $\alpha$ -メチルフェネチル基、 $\alpha$ , $\alpha$ -ジメチルフェネチル基、4-メチルフェネチル基、4-メチルベンジル基、3-メチルベンジル基、2-メチルベンジル基、4-イソプロピルベンジル基、4-アリルベンジル基、4-ベンジルベンジル基、4-フェネチルベンジル基、4-フェニルベンジル基、4-(4'-メチルフェニル)ベンジル基、4-メトキシベンジル基、4-n-ブトキシベンジル基、3,4-ジメトキシベンジル基、4-メトキシメチルベンジル基、4-アリルオキシベンジル基、4-ビニルオキシメチルベンジル基、4-ベンジルオキシベンジル基、4-フェネチルオキシベンジル基、4-フェノキシベンジル基、3-フェノキシベンジル基、4-ヒドロキシベンジル基、3-ヒドロキシベンジル基、2-ヒドロキシベンジル基、4-ヒドロキシ-3-メトキシベンジル基、4-クロロベンジル基、3-クロロベンジル基、2-クロロベンジル基、2-フルフリル基、ジフェニルメチル基、1-ナフチルメチル基、2-ナフチルメチル基、

【0026】フェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、3-フリール基、3-チエニル基、4-メチルフェニル基、3-メチルフェニル基、2-メチルフェニル基、4-エチルフェニル基、3-エチルフェニル基、2-エチルフェニル基、4-n-ブロピルフェニル基、4-イソプロピルフェニル基、4-n-ブチルフェニル基、4-sec-ブチルフェニル基、4-tert-ブチルフェニル基、4-n-ベンチルフェニル基、4-イソペンチルフェニル基、4-n-ヘキシルフェニル基、4-n-ヘプチルフェニル基、4-n-オクチルフェニル基、4-tert-オクチルフェニル基、4-n-デシルフェニル基、4-n-ドデシルフェニル基、4-シクロヘキシルフェニル基、4-シクロヘキシルフェニル基、3-シクロヘキシルフェニル基、2-シクロヘキシルフェニル基、4-アリルフェニル基、2-アリルフェニル基、4-ベンジルフェニル基、2-ベンジルフェニル基、4-クミルフェニル基、4-(4'-メトキシクミル)フェニル基、4-(4'-ベンジルオキシ)クミルフェニル基、4-(4'-クロロベンジル)フェニル基、4-フェニルフェニル基、3-フェニルフェニル基、2-フェニルフェニル基、4-(4'-メトキシフェニル)フェニル基、2-(2'-メトキシフェニル)フェニル基、4-(4'-クロロフェニル)フェニル基、4-メトキシフェニル基、3-メトキシフェニル基、2-メトキシフェニル基、4-エトキシフェニル基、

2-エトキシフェニル基、3-n-ブロボキシフェニル基、4-イソプロボキシフェニル基、4-n-ブトキシフェニル基、4-イソブトキシフェニル基、4-n-ベンチルオキシフェニル基、4-イソペンチルオキシフェニル基、4-n-ヘキシルオキシフェニル基、4-n-オクチルオキシフェニル基、4-n-デシルオキシフェニル基、4-n-ドデシルオキシフェニル基、4-シクロヘキシルオキシフェニル基、4-エチル-1-ナフチル基、6-n-ブチル-2-ナフチル基、2-メトキシ-1-ナフチル基、4-メトキシ-1-ナフチル基、4-n-ブトキシ-1-ナフチル基、5-エトキシ-1-ナフチル基、6-エトキシ-2-ナフチル基、6-n-ヘキシルオキシ-2-ナフチル基、7-メトキシ-2-ナフチル基、7-n-ブトキシ-2-ナフチル基、4-メトキシメチルフェニル基、4-エトキシメチルフェニル基、4-n-ブトキシメチルフェニル基、3-メトキシメチルフェニル基、4-(2'-メトキシエチル)フェニル基、4-(2'-エトキシエチルオキシ)フェニル基、4-(2'-n-ブトキシエチルオキシ)フェニル基、4-(3'-エトキシプロピルオキシ)フェニル基、4-ビニルオキシフェニル基、4-アリルオキシフェニル基、3-アリルオキシフェニル基、4-(4'-ベンテニルオキシ)フェニル基、4-アリルオキシメチルフェニル基、4-(2'-アリルオキシエチルオキシ)フェニル基、4-ベンジルオキシフェニル基、2-ベンジルオキシフェニル基、4-フェネチルオキシフェニル基、4-(4'-クロロベンジルオキシ)フェニル基、4-(4'-メトキシベンジルオキシ)フェニル基、4-(3'-エトキシベンジルオキシ)フェニル基、4-ベンジルオキシ-1-ナフチル基、5-(4'-メチルベンジルオキシ)-1-ナフチル基、6-ベンジルオキシ-2-ナフチル基、6-(4'-メチルベンジルオキシ)-2-ナフチル基、7-ベンジルオキシ-2-ナフチル基、4-(ベンジルオキシメチル)フェニル基、4-(2'-ベンジルオキシエチルオキシ)フェニル基、

【0027】4-フェノキシフェニル基、3-フェノキシフェニル基、2-フェノキシフェニル基、4-(4'-メチルフェノキシ)フェニル基、4-(4'-メトキシフェノキシ)フェニル基、4-(4'-クロロフェノキシ)フェニル基、4-フェノキシ-1-ナフチル基、6-フェノキシ-2-ナフチル基、

【0028】4-フェノキシメチルフェニル基、4-(2'-フェノキシエチルオキシ)フェニル基、4-[2'-(4'-メチルフェニル)オキシエチルオキシ]フェニル基、4-[2'-(4'-メトキシフェニル)オキシエチルオキシ]フェニル基、4-[2'-(4'-クロロフェニル)オキシエチルオキシ]フェニル基、

【0029】4-アセチルフェニル基、3-アセチルフェニル基、2-アセチルフェニル基、4-エチルカルボニルフェニル基、4-n-ブチルカルボニルフェニル基、4-n-ヘキシルカルボニルフェニル基、4-オクチルカルボニルフェニル基、4-シクロヘキシルカルボニルフェニル基、4-アルセチル-1-ナフチル基、6-アルセチル-2-ナフチル基、6-n-

ブチルカルボニル-2-ナフチル基、4-アリカルボニルフェニル基、4-ベンジルカルボニルフェニル基、4-(4'-メチルベンジル)カルボニルフェニル基、4-フェニルカルボニルフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)カルボニルフェニル基、4-(4'-クロロフェニル)カルボニルフェニル基、4-フェニルカルボニル-1-ナフチル基、

【0030】4-メトキシカルボニルフェニル基、2-メトキシカルボニルフェニル基、4-エトキシカルボニルフェニル基、3-エトキシカルボニルフェニル基、4-n-プロポキシカルボニルフェニル基、4-n-ブトキシカルボニルフェニル基、4-n-ヘキシルオキシカルボニルフェニル基、4-n-デシルオキシカルボニルフェニル基、4-シクロヘキシカルボニルフェニル基、4-エトキシカルボニル-1-ナフチル基、6-メトキシカルボニル-2-ナフチル基、6-n-ブトキシカルボニル-2-ナフチル基、4-アリルオキシカルボニルフェニル基、4-ベンジルオキシカルボニルフェニル基、4-(4'-クロロベンジル)オキシカルボニルフェニル基、4-フェネチルオキシカルボニルフェニル基、6-ベンジルオキシカルボニル-2-ナフチル基、4-フェニルオキシカルボニルフェニル基、4-(4'-エチルフェニル)オキシカルボニルフェニル基、4-(4'-クロロフェニル)オキシカルボニルフェニル基、4-(4'-エトキシフェニル)オキシカルボニルフェニル基、6-フェニルオキシカルボニル-2-ナフチル基、

【0031】4-アセチルオキシフェニル基、3-アセチルオキシフェニル基、4-エチルカルボニルオキシフェニル基、2-エチルカルボニルオキシフェニル基、4-n-ブロピルカルボニルオキシフェニル基、4-n-ベンチルカルボニルオキシフェニル基、4-n-オクチルカルボニルオキシフェニル基、4-シクロヘキシカルボニルオキシフェニル基、4-アセチルオキシ-1-ナフチル基、4-n-ブチルカルボニルオキシ-1-ナフチル基、5-アセチルオキシ-1-ナフチル基、6-エチルカルボニルオキシ-2-ナフチル基、7-アセチルオキシ-2-ナフチル基、4-アリカルボニルオキシフェニル基、4-ベンジルカルボニルオキシフェニル基、4-フェネチルカルボニルオキシフェニル基、6-ベンジルカルボニルオキシ-2-ナフチル基、4-フェニルカルボニルオキシフェニル基、4-(4'-メチルフェニル)カルボニルオキシフェニル基、4-(2'-メチルフェニル)カルボニルオキシフェニル基、4-(4'-クロロフェニル)カルボニルオキシフェニル基、4-(2'-クロロフェニル)カルボニルオキシフェニル基、4-フェニルカルボニルオキシ-1-ナフチル基、6-フェニルカルボニルオキシ-2-ナフチル基、7-フェニルカルボニルオキシ-2-ナフチル基、

【0032】4-メチルチオフェニル基、2-メチルチオフェニル基、4-エチルチオフェニル基、3-エチルチオフェニル基、4-n-ブロピルチオフェニル基、4-n-ブチルチオフェニル基、4-n-ヘキシルチオフェニル基、4-n-オクチルチオフェニル基、4-シクロヘキシルチオフェニル基、4-ベンジルチオフェニル基、3-ベンジルチオフェニル

50  
10 基、4-(4'-クロロベンジルチオ)フェニル基、4-フェニルチオフェニル、3-フェニルチオフェニル基、4-(4'-メチルフェニルチオ)フェニル基、4-(4'-メトキシフェニルチオ)フェニル基、4-(4'-クロロフェニルチオ)フェニル基、2-エチルチオ-1-ナフチル基、4-メチルチオ-1-ナフチル基、6-エチルチオ-2-ナフチル基、6-フェニルチオ-2-ナフチル基、

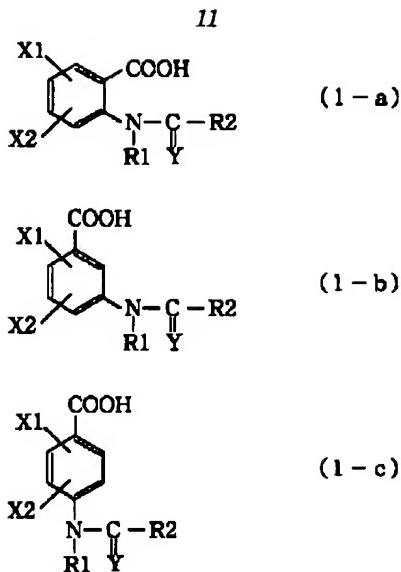
【0033】4-フルオロフェニル基、3-フルオロフェニル基、2-フルオロフェニル基、4-クロロフェニル基、3-クロロフェニル基、2-クロロフェニル基、4-ブロモフェニル基、4-クロロ-1-ナフチル基、4-クロロ-2-ナフチル基、6-ブロモ-2-ナフチル基、4-ニトロフェニル基、3-ニトロフェニル基、4-ホルミルフェニル基、3-ホルミルフェニル基、2-ホルミルフェニル基、4-ホルミル-1-ナフチル基、1-ホルミル-2-ナフチル基、4-ヒドロキシフェニル基、3-ヒドロキシフェニル基、2-ヒドロキシフェニル基、4-ヒドロキシ-1-ナフチル基、6-ヒドロキシ-2-ナフチル基、4-シアノフェニル基、2-シアノフェニル基、4-シアノ-1-ナフチル基、6-シアノ-2-ナフチル基、2-クロロ-4-ニトロフェニル基、4-クロロ-2-ニトロフェニル基、6-クロロ-3-メチルフェニル基、2-クロロ-6-メチルフェニル基、4-クロロ-2-メチルフェニル基、4-クロロ-3-メチルフェニル基、2,4-ジメチルフェニル基、2,5-ジメチルフェニル基、3,4-ジメチルフェニル基、3,5-ジメチルフェニル基、2,6-ジメチルフェニル基、2,4-ジエチルフェニル基、2,3,5-トリメチルフェニル基、2,3,6-トリメチルフェニル基、2,4,6-トリメチルフェニル基、2,3-ジクロロフェニル基、2,4-ジクロロフェニル基、2,5-ジクロロフェニル基、2,6-ジクロロフェニル基、3,4-ジクロロフェニル基、3,5-ジクロロフェニル基、2,4,6-トリクロロフェニル基、2-メトキシ-4-メチルフェニル基、2,6-ジメトキシフェニル基、3,5-ジメトキシフェニル基、3,5-ジエトキシフェニル基、3,5-ジ-n-ブトキシフェニル基、3,4,5-トリメトキシフェニル基、2,4-ジクロロ-1-ナフチル基、1,6-ジクロロ-2-ナフチル基などを例示することができる。

【0034】本発明に係る一般式(1)で表される化合物は安息香酸骨格内にアミド基を有するものであるが、アミド基の置換位置はカルボン酸基に対して、オルソ位、メタ位あるいはパラ位の位置であり、具体的には、下記の一般式(1-a)、一般式(1-b)または一般式(1-c)で表される安息香酸誘導体である。

【0035】

【化4】

12

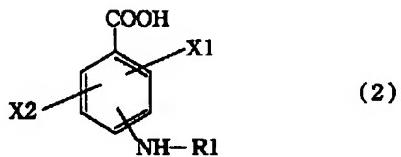


(式中、X1、X2、Y、R1およびR2は前記に同じ)

【0036】本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体は、公知の製造方法、例えば、Journal of organic chemistry, 9, 396-399, (1944)に記載の方法などにより製造することができる。すなわち、例えば、一般式(2)で表されるアミノ安息香酸誘導体に、塩基(例えば、水酸化ナトリウム、炭酸水素ナトリウム)存在下、水溶液中または有機溶媒中(例えば、炭化水素系溶媒、ハロゲン系溶媒、エステル系溶媒)で、一般式(3)で表される化合物を作用させることにより好適に製造することができる。

【0037】

【化5】



(式中、X1、X2およびR1は前記に同じ)

【0038】

【化6】



(式中、Zはハロゲン原子を表し、YおよびR2は前記に同じ)

【0039】例示化合物

番号

1. 2-(メチルカルボニルアミノ)安息香酸
2. 2-(エチルカルボニルアミノ)安息香酸
3. 2-(エチルカルボニルアミノ)-3-メチル安息香酸
4. 2-(エチルカルボニルアミノ)-5-メチル安息香酸
5. 2-(エチルカルボニルアミノ)-4-ニトロ安息香酸
6. 2-(n-プロピルカルボニルアミノ)安息香酸

7. 2-(n-プロピルカルボニルアミノ)-6-エチル安息香酸  
8. 2-(イソプロピルカルボニルアミノ)安息香酸  
9. 2-(イソプロピルカルボニルアミノ)-5-クロロ安息香酸  
10. 2-(n-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
【0040】11. 2-(イソブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
12. 2-(tert-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
13. 2-(tert-ブチルカルボニルアミノ)-4-クロロ安息香酸  
14. 2-(2-エチルブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
15. 2-(2-エチルヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
16. 2-(n-オクチルカルボニルアミノ)安息香酸  
17. 2-(n-デシルカルボニルアミノ)安息香酸  
18. 2-(シクロヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
19. 2-[2'-シクロヘキシルエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
20. 2-(アリルカルボニルアミノ)安息香酸  
【0041】21. 2-[2'-ヘキセニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
22. 2-[2'-エトキシエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
23. 2-[3'-n-ヘキシルオキシプロピル]カルボニルアミノ]安息香酸  
24. 2-[2'-ベンジルオキシエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
25. 2-(フェノキシメチルカルボニルアミノ)安息香酸  
26. 2-[2'-フェノキシエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
30. 2-[2'-(4-クロロフェニル)エチルオキシカルボニルアミノ]安息香酸  
27. 2-[2'-(4-クロロフェニル)エチルオキシカルボニルアミノ]安息香酸  
28. 2-[2'-(4-メトキシフェニル)エチルオキシカルボニルアミノ]安息香酸  
29. 2-[2'-(フェノキシエトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
30. 2-(シンナミルカルボニルアミノ)安息香酸  
【0042】31. 2-[2'-n-ブチルチオエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
40. 32. 2-[2'-メトキシエチルチオエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
33. 2-[2'-アリルチオエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
34. 2-[2'-ベンジルチオエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
35. 2-[2'-フェニルチオエチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
36. 2-[2'-クロロヘプチル]カルボニルアミノ]安息香酸  
50. 37. 2-(ベンジルカルボニルアミノ)安息香酸

- 3 8. 2-(ベンジルカルボニルアミノ)-4-クロロ安息香酸  
 3 9. 2-[ $(4'$ -メチルベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 4 0. 2-[ $(4'$ -クロロベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0043】 4 1. 2-[ $(3'$ -フェノキシベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 4 2. 2-(フェニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 4 3. 2-(フェニルカルボニルアミノ)-4-メチル安息香酸  
 4 4. 2-(フェニルカルボニルアミノ)-4-フェニル安息香酸  
 4 5. 2-(フェニルカルボニルアミノ)-5-ニトロ安息香酸  
 4 6. 2-(フェニルカルボニルアミノ)-4-クロロ安息香酸  
 4 7. 2-(フェニルカルボニルアミノ)-5-クロロ安息香酸  
 4 8. 2-[ $(2'$ -ナフチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 4 9. 2-[ $(3'$ -フリール)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 0. 2-[ $(3'$ -フェニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0044】 5 1. 2-[ $(4'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 2. 2-[ $(4'$ -n-ブチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 3. 2-[ $(4'$ -tert-ブチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 4. 2-[ $(4'$ -シクロヘキシルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 5. 2-[ $(3'$ -メトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 6. 2-[ $(4'$ -n-ブトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 7. 2-[ $(4'$ -n-オクチルオキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 8. 2-[ $(4'$ -フェノキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 5 9. 2-[ $(2'$ -アセチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 0. 2-[ $(4'$ -アリルカルボニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0045】 6 1. 2-[ $(4'$ -フェニルカルボニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 2. 2-[ $(4'$ -n-ブトキシカルボニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 3. 2-[ $(4'$ -ベンジルオキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 4. 2-[ $(4'$ -アセチルオキシフェニル)カルボニルアミ

- 50 14. ノ]安息香酸  
 6 5. 2-[ $(4'$ -エチルチオフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 6. 2-[ $(4'$ -フルオロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 7. 2-[ $(4'$ -クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 8. 2-[ $(3'$ -クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 6 9. 2-[ $(4'$ -ニトロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 0. 2-[ $(4'$ -ホルミルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0046】 7 1. 2-[ $(4'$ -ヒドロキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 2. 2-[ $(4'$ -シアノフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 3. 2-[ $(2',4'$ -ジメチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 4. 2-[ $(3',5'$ -ジクロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 5. 2-(n-ブチルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 7 6. 2-(n-オクチルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 7 7. 2-[ $(4'$ -クロロベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 8. 2-[ $(3'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 7 9. 2-(フェニルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 0. 2-[ $(4'$ -エトキシフェニル)チオカルボニルアミノ]安息香酸  
 【0047】 8 1. 2-(N-フェニル-N-フェニルオキシカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 2. 3-(エチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 3. 3-(n-プロピルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 4. 3-(イソプロピルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 5. 3-(n-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 6. 3-(イソブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 7. 3-(tert-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 8. 3-(n-ペンチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 8 9. 3-(イソペンチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 0. 3-(n-ヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0048】 9 1. 3-(n-ヘプチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 2. 3-(n-オクチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 3. 3-[ $(2'$ -エチルヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 9 4. 3-(n-ノニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 5. 3-(n-デシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 6. 3-(n-ウンデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 7. 3-(n-ドデシルカルボニルアミノ)安息香酸

- 9 8. 3-( $\alpha$ -トリデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 9 9. 3-( $\alpha$ -テトラデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 0. 3-( $\alpha$ -ペントデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0 0 4 9】 1 0 1. 3-( $\alpha$ -ヘキサデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 2. 3-( $\alpha$ -ヘプタデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 3. 3-( $\alpha$ -オクタデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 4. 3-(シクロヘキサデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 5. 3-(シクロヘキサヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 6. 3-[ $(4'$ -tert-ブチルシクロヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 0 7. 3-(シクロヘプチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 8. 3-(シクロオクチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 0 9. 3-(シクロヘキシルメチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 1 0. 3-[ $(2'$ -テトラヒドロフルフリル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0 0 5 0】 1 1 1. 3-[ $(2'$ -メトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 2. 3-[ $(2'$ - $\alpha$ -ヘキシルオキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 3. 3-[ $(2'$ - $\alpha$ -オクチルオキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 4. 3-[ $(3'$ -エトキシプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 5. 3-[ $(3'$ - $\alpha$ -ブトキシプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 6. 3-[ $(3'$ - $\alpha$ -オクチルオキシプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 7. 3-[ $(2'$ - $\alpha$ -ブトキシエトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 8. 3-[ $(2'$ -ベンジルオキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 1 9. 3-[ $(フェノキシメチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 0. 3-[ $(2'$ -フェノキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0 0 5 1】 1 2 1. 3-[ $2'$ -(4-クロロフェニル)オキシエチルカルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 2. 3-[ $2'$ -(4-メトキシフェニル)オキシエチルカルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 3. 3-[ $(2'$ -フェノキシエトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 4. 3-[ $(3'$ - $\alpha$ -ブチルチオプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 5. 3-[ $(6'$ -エチルチオヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 6. 3-[ $(2'$ -ベンジルチオエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 7. 3-[ $(2'$ -フェニルチオエチル)カルボニルアミ$

16  
 ノ]安息香酸

- 1 2 8. 3-[ $(2'$ -クロロエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 2 9. 3-[ $(9'$ -デセニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 0. 3-(ベンジルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0 0 5 2】 1 3 1. 3-(ベンジルカルボニルアミノ)-2,6-ジメトキシ安息香酸  
 1 3 2. 3-[ $(4'$ -メチルベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 3. 3-[ $(4'$ -クロロベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 4. 3-[ $(2'$ -フェニルエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 5. 3-(フェニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 1 3 6. 3-[ $(1'$ -ナフチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 7. 3-[ $(2'$ -ナフチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 8. 3-[ $(2'$ -フリル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 3 9. 3-[ $(4'$ -フェニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 0. 3-[ $(4'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0 0 5 3】 1 4 1. 3-[ $(3'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 2. 3-[ $(2'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 3. 3-[ $(4'$ -エチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 4. 3-[ $(4'$ -tert-ブチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 5. 3-[ $(4'$ -シクロヘキシルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 6. 3-[ $(2'$ -シクロヘキシルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 7. 3-[ $(4'$ -クミルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 8. 3-[ $(4'$ -メトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 4 9. 3-[ $(3'$ -メトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 5 0. 3-[ $(2'$ -エトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0 0 5 4】 1 5 1. 3-[ $(4'$ - $\alpha$ -ブトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 5 2. 3-[ $(4'$ - $\alpha$ -ヘキシルオキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 5 3. 3-[ $(4'$ -ベンジルオキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 1 5 4. 3-[ $4'$ -(4-ベンジルオキシクミル)フェニルカルボニルアミノ]安息香酸  
 1 5 5. 3-[ $(4'$ -フェノキシフェニル)カルボニルアミ

- ノ]安息香酸  
 156. 3-[2'-(6-ベンジルオキシ)ナフチルカルボニルアミノ]安息香酸  
 157. 3-[4'-フェニルカルボニルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 158. 3-[4'-アセチルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 159. 3-[4'-エトキシカルボニルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 160. 3-[4'-シクロヘキシルオキシカルボニルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0055】161. 3-[4'-n-プロピルカルボニルオキシフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 162. 3-[4'-メチルチオフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 163. 3-[4'-ベンジルチオフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 164. 3-[4'-フルオロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 165. 3-[2'-フルオロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 166. 3-[4'-クロロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 167. 3-[3'-クロロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 168. 3-[4'-プロモフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 169. 3-[4'-ニトロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 170. 3-[4'-ホルミルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0056】171. 3-[4'-シアノフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 172. 3-[2',4'-ジメチルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 173. 3-[3',5'-ジメチルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 174. 3-[2',4'-ジクロロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 175. 3-[3',5'-ジメトキシフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 176. 3-[3'-ニトロ-4'-クロロフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 177. 3-[4'-クロロ-2'-メチルフェニル]カルボニルアミノ]安息香酸  
 178. 3-(n-プロピルチオカルボニルアミノ]安息香酸  
 179. 3-(n-ヘキシルチオカルボニルアミノ]安息香酸  
 180. 3-(n-デシルチオカルボニルアミノ]安息香酸  
 【0057】181. 3-(フェニルチオカルボニルアミノ]安息香酸

182. 3-[(4'-メチルフェニル)チオカルボニルアミノ]安息香酸  
 183. 3-[(4'-エトキシフェニル)チオカルボニルアミノ]安息香酸  
 184. 3-(N-n-ブチル-N-ヘプチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 185. 4-(メチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 186. 4-(メチルカルボニルアミノ)-6-メチル安息香酸  
 187. 4-(メチルカルボニルアミノ)-6-クロロ安息香酸  
 188. 4-(エチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 189. 4-(エチルカルボニルアミノ)-6-ニトロ安息香酸  
 190. 4-(n-プロピルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0058】191. 4-(n-プロピルカルボニルアミノ)-5-ベンジル安息香酸  
 192. 4-(n-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 193. 4-(イソブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 194. 4-(sec-ブチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 195. 4-(n-ベンチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 196. 4-(イソベンチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 197. 4-(n-ヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 198. 4-(n-ヘプチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 199. 4-(n-オクチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 200. 4-[(2'-エチルヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0059】201. 4-(n-ノニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 202. 4-(n-デシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 203. 4-(n-ウンデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 204. 4-(n-ドデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 205. 4-(n-テトラデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 206. 4-(n-ヘキサデシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 207. 4-(シクロヘンチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 208. 4-(シクロヘキシルカルボニルアミノ)安息香酸  
 209. 4-[(2'-メチルシクロヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 210. 4-[(4'-メチルシクロヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0060】211. 4-[(4'-tert-ブチルシクロヘキシル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 212. 4-[(2'-シクロヘキシルエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 213. 4-(シクロオクチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 214. 4-[(2'-テトラヒドロフルフリル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 215. 4-[(2'-メトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 216. 4-[(2'-n-ヘキシルオキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸

ミノ]安息香酸  
 217. 4-[ $(3'$ -エトキシプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 218. 4-[ $(3'$ -イソプロポキシプロピル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 219. 4-[ $(2'$ -メトキシエトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 220. 4-(フェノキシメチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0061】221. 4-( $2'$ -フェノキシエチルカルボニルアミノ)安息香酸 10  
 222. 4-[ $2'$ -(4-クロロフェニル)オキシエチルカルボニルアミノ]安息香酸  
 223. 4-[ $2'$ -(4-メトキシフェニル)オキシエチルカルボニルアミノ]安息香酸  
 224. 4-[ $(2'$ -フェノキシエトキシエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 225. 4-[ $(2'$ -n-ヘキシルチオエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 226. 4-[ $(2'$ -フェニルチオエチル)カルボニルアミノ]安息香酸 20  
 227. 4-( $2'$ -クロロエチルカルボニルアミノ)安息香酸  
 228. 4-( $5'$ -ヘキセニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 229. 4-(ベンジルカルボニルアミノ)安息香酸  
 230. 4-(ベンジルカルボニルアミノ)-5-エチル安息香酸  
 【0062】231. 4-[ $(4'$ -メチルベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 232. 4-[ $(4'$ -クロロベンジル)カルボニルアミノ]安息香酸 30  
 233. 4-[ $(2'$ -フェニルエチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 234. 4-(フェニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 235. 4-[ $(2'$ -ナフチル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 236. 4-[ $(4'$ -フェニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 237. 4-[ $(3'$ -メチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 238. 4-[ $(4'$ -エチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸 40  
 239. 4-[ $(4'$ -シクロヘキシルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 240. 4-[ $(4'$ -クミルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0063】241. 4-[ $(4'$ -メトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 242. 4-[ $(3'$ -エトキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 243. 4-[ $(4'$ -n-ブトキシフェニル)カルボニルアミ 50

ノ]安息香酸  
 244. 4-[ $(4'$ -フェノキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 245. 4-[ $(4'$ -アセチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 246. 4-[ $(4'$ -メトキシカルボニルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 247. 4-[ $(4'$ -エチルカルボニルオキシフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 248. 4-[ $(4'$ -エチルチオフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 249. 4-[ $(4'$ -フェニルチオフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 250. 4-[ $(4'$ -フルオロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 【0064】251. 4-[ $(3'$ -フルオロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 252. 4-[ $(4'$ -クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 253. 4-[ $(3'$ -クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸 20  
 254. 4-[ $(2'$ -クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 255. 4-[ $(2'$ -ホルミルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 256. 4-[ $(2'$ -シアノフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 257. 4-[ $(2',4'$ -ジメチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 258. 4-[ $(3',5'$ -ジメチルフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 259. 4-[ $(3'$ -ニトロ-4'-クロロフェニル)カルボニルアミノ]安息香酸  
 260. 4-(n-ブチルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0065】261. 4-(n-ヘプチルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 262. 4-(n-ドデシルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 263. 4-(フェニルチオカルボニルアミノ)安息香酸  
 264. 4-[ $(4'$ -メチルフェニル)チオカルボニルアミノ]安息香酸 30  
 265. 4-[ $(2'$ -ナフチル)チオカルボニルアミノ]安息香酸  
 266. 4-[ $(4'$ -クロロフェニル)チオカルボニルアミノ]安息香酸  
 267. 4-(N-メチル-N-フェニルカルボニルアミノ)安息香酸  
 【0066】本発明の一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩は、上述した一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物を水の存在下で作用させて得ることができる。

【0067】本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩としては、好ましくは、水難溶性あるいは水不溶性の2価、3価あるいは4価の金属塩であり、より好ましくは2価の金属塩である。多価金属塩の具体例としては、亜鉛、マグネシウム、カルシウム、バリウム、ニッケル、スズ、銅、マンガン、コバルト、チタン、アルミニウム、鉄の塩を挙げることができ、好ましくは、亜鉛、マグネシウム、カルシウム、バリウム、ニッケル、マンガン、コバルト、アルミニウムの塩であり、より好ましくは、亜鉛、カルシウム、マンガンの塩であり、特に、亜鉛塩は好ましい金属塩である。

【0068】本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩としては、例えば、ナトリウム、カリウム、リチウム塩を挙げることができ、より好ましくは、ナトリウム、カリウム塩である。これらのアルカリ金属塩は、公知の方法により製造することができ、通常、一般式(1)で表される安息香酸誘導体1当量に対し、0.8～1.2当量、好ましくは、1.0～1.1当量の水酸化アルカリ金属化合物、炭酸アルカリ金属化合物、炭酸水素アルカリ金属化合物（例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウムなど）を、水の存在下で反応させて製造することができる。

【0069】一般式(1)で表されるアルカリ金属塩を調製する際に使用する水の量は、該アルカリ金属塩の一部が溶解する量が存在すれば良いが、好ましくは、該アルカリ金属塩の50重量%以上、より好ましくは、80重量%以上が溶解する量を使用することが望ましい。また、この際に、水以外にも、水に可溶性の有機溶媒、例えば、メタノール、イソプロパノール、メチルセロソルブ等のアルコール系溶媒、ジオキサン、テトヒドロフラン等のエーテル系溶媒、N,N-ジメチルイミダゾリジン、N-メチル-2-ピロリドン等の非プロトン性極性溶媒を共存させてもよい。ただし、これらの水に可溶性の有機溶媒の割合が多いと、製造される一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の収率が低下するために、全媒体中、水に可溶性の有機溶媒の割合は、60重量%以下であることが好ましく、40重量%以下であることがより好ましい。

【0070】アルカリ金属塩を調製する際の温度は、約0～約50℃が好ましく、より好ましくは、約10～約40℃である。

【0071】また、本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩を調製する際に使用する好適な多価金属化合物としては、水可溶性の多価金属化合物が好ましく、例えば、硫酸亜鉛、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸アルミニウム等の硫酸塩、塩化亜鉛、塩化マグネシウム、塩化カルシウム、塩化バリ

ウム、塩化ニッケル、塩化コバルト、塩化アルミニウム等の塩化物、酢酸亜鉛、酢酸マンガン等の酢酸塩等が挙げられる。これらの多価金属化合物は、固体のままで使用してもよく、また、水溶液として用いてもよい。

【0072】これらの多価金属化合物の使用量は、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩1当量に対し、0.8～1.5当量、好ましくは、1.0～1.2当量である。なお、この場合の当量とは、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩1モルに対し、多価金属化合物が、例えば、2価の金属化合物（例えば、硫酸亜鉛）の場合には、0.5モルの2価の多価金属化合物が1当量に相当するものである。

【0073】一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物を水の存在下で反応させる方法としては、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩の水溶液に、多価金属化合物を加える方法でもよく、あるいは多価金属化合物に、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩の水溶液を加える方法でもよい。

【0074】一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物を反応させる際の温度は、約0～約50℃が好ましく、より好ましくは、約10～約40℃である。

【0075】なお、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩の水溶液としては、複数の異なる一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩を用いても良く、例えば、4-(n-オクチルカルボニルアミノ)安息香酸と4-(フェニルカルボニルアミノ)安息香酸のそれぞれのアルカリ金属塩の混合塩、あるいは2-(フェニルオキシメチルカルボニルアミノ)安息香酸と4-(ベンジルカルボニルアミノ)安息香酸のそれぞれのアルカリ金属塩の混合塩に、多価金属化合物を反応させてもよい。この場合には、それぞれに対応した構造の一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩が生成することはいうまでもない。

【0076】本発明の安息香酸誘導体の多価金属塩の製造方法は、上述した方法により生成する一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩を、さらに熱処理することを特徴とするものである。

【0077】通常、一般式(1)で表される安息香酸誘導体のアルカリ金属塩と多価金属化合物を水の存在下で反応させると、短時間のうちに、大部分の一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩が水媒体中に析出していく。熱処理の方法としては、該固体を含有する水媒体をそのままで、あるいは、さらに、水または水に可溶性の有機溶媒と水との混合溶液を添加して攪拌効率を高めて、約50～約100℃に、より好ましくは、約60～約95℃に加温して攪拌処理する方法である。

【0078】熱処理の時間は、約30分以上あれば、本発明の効果が得られるものである。長時間の熱処理は本

発明の効果を妨げるものではないが、長時間を費やすこと自体、作業効率、生産効率等の低下をもたらすだけである。通常は、約30分～約15時間、より好ましくは、約1時間～約10時間の熱処理時間で充分である。また、攪拌装置に関しては、特に制約するものではないが、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩が、水媒体中に分散された状態を維持するために必要な攪拌能力を有する装置を使用することが好ましい。

【0079】水媒体の使用容量は、多量に使用しても本発明の効果を妨げるものではないが、必要以上に多量に使用すること自体、大きな装置、容器を必要とし、生産効率の低下をもたらすことは明らかであり、通常は、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩重量に対して、1～200倍(容量/重量)が好ましく、より好ましくは、2～150倍(容量/重量)である。

【0080】上述のようにして製造される一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩は、製造条件、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の種類あるいは多価金属の種類によっては、時として水和物を形成することがあるが、該水和物も本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩に包含されるものである。

【0081】これらの多価金属塩は、製造条件、あるいは、乾燥等の製造後の条件により、しばしばアモルファス(無定型)の状態で得られたり、あるいは結晶状態からアモルファス状態に変化することがある。このようなアモルファス体の多価金属塩は、多価金属塩の結晶と比較して嵩密度が低いため、記録材料、例えば、感熱記録材料用に電子受容性化合物として使用するに際して、例えば、計量時または輸送時において空気中に飛散するなど、取り扱い上の作業性に問題があることが判明した。

【0082】結晶からアモルファス体への変化は、厳密にコントロールされた条件下で、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩を製造すること、あるいは該多価金属塩の結晶を取り扱うことにより、防止することが可能ではあるが、不慮の事情により、しばしばアモルファス体に変化してしまい、少なからずの障害を生じていたのが現状である。

【0083】本発明の結晶の製造方法は、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体を水の存在下で熱処理することにより、安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶を製造することを特徴とするものであり、簡便な操作により、アモルファス体を有用な結晶に変換する方法を提供するものである。

【0084】なお、本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶は、製造条件、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の種類あるいは多価金属の種類によっては、時として水和物を形成することがあるが、該水和物の結晶も、本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶に

包含されるものである。

【0085】本発明に係る一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体は、水に難溶性または不溶性であり、水媒体中に実質的には溶解せず分散している。熱処理の方法としては、該アモルファス体を含有する水媒体を、約50～約100℃に加熱し、攪拌する方法が適用できる。

【0086】また、熱処理は、約30分以上行うことにより、大部分のアモルファス体を結晶へと変換することができる。アモルファス体から結晶へ変換したかどうかは、例えば、X線回折スペクトル、赤外線スペクトル等の公知の分析手段により容易に判断できるので、熱処理時間は、これらの分析手段により決定することができる。長時間の熱処理は、悪影響を与えるものではないが、長時間を費やすこと自体、作業効率、生産効率等の低下をもたらすだけであり、通常は、約30分～約20時間、より好ましくは、約1～約15時間の熱処理時間で充分である。

【0087】本発明の結晶の製造方法は、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体を水の存在下で熱処理することを特徴とするものであるが、水以外にも、水に可溶性の有機溶媒、例えば、メタノール、イソプロパノール、メチルセロソルブ等のアルコール系溶媒、ジオキサン、テトヒドロフラン等のエーテル系溶媒、N,N-ジメチルイミダゾリジノン、N-メチル-2-ピロリドン等の非プロトン性極性溶媒を共存させてもよい。但し、これらの水に可溶性の有機溶媒の割合が多いと、製造される一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩の結晶の回収率が低下するために、全媒体中、水に可溶性の有機溶媒の割合は、60重量%以下であることが好ましく、40重量%以下であることがより好ましい。

【0088】また、攪拌装置に関しては、特に制約するものではないが、一般式(1)で表される安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体または結晶が、水媒体中に分散された状態を維持するために必要な攪拌能力を有する装置を使用することが好ましい。

【0089】水媒体の使用容量は、多量に使用しても本発明の効果を妨げるものではないが、必要以上に多量に使用すること自体、大きな装置、容器を必要とし、生産効率の低下をもたらすことは明らかであり、通常は、アモルファスの多価金属塩重量に対して、1～200倍(容量/重量)が好ましく、より好ましくは、2～150倍(容量/重量)である。

【0090】本発明の方法により製造される多価金属塩およびその結晶は、非常に濾過性に優れており、特殊な装置を使用せずとも公知の手段、装置により、反応系から容易に濾過、単離することができる。濾過後は、乾燥(乾燥温度は、約20～約90℃が好ましい)し、公知の手段、方法により分散処理し、あるいは濾過後、直接

25

分散処理することにより、記録材料（例えば、感熱記録材料）用の電子受容性化合物の分散液を調製することができる。

## 【0091】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0092】実施例1 (2-*n*-ノルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の製造)

2-*n*-ノルカルボニルアミノ安息香酸 22. 4 g のメタノール懸濁溶液 (100 ml) に対して、炭酸水素ナトリウム 6. 4 g を溶解させた水溶液 200 ml を室温で 15 分要して滴下した後、室温でさらに 2 時間攪拌した。該 2-*n*-ノルカルボニルアミノ安息香酸ナトリウム水溶液に、硫酸亜鉛七水和物 11. 0 g を溶解させた水溶液 100 ml を、室温で 30 分を要して滴下した。滴下後、30 分間攪拌を行った。無色の 2-*n*-ノルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩が析出していた。この亜鉛塩の分散液を、さらに 80 °C に加温し、80 °C で 2 時間攪拌処理した。室温に冷却後、結晶を濾過、水洗後、50 °C で 24 時間乾燥を行い、無色結晶の 2-*n*-ノルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩 24. 5 g を得た。

## 【0093】融点 99～105 °C

なお、濾過は、直径 9.5 mm の桐山式ロートを用い、N o. 5 濾紙 [日本理化学器械 (株) 製] を使用して行った。濾過に要した時間は 7 分で、液切れも良く、濾過性は非常に良好であった。

## 【0094】実施例2 (2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の製造)

2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸 15. 0 g のメタノール懸濁溶液 (50 ml) に対して、炭酸水素ナトリウム 4. 6 g を溶解させた水溶液 100 ml を室温で 15 分要して滴下した後、室温でさらに 2 時間攪拌した。該 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸ナトリウム水溶液に硫酸亜鉛七水和物 8. 0 g を溶解させた水溶液 100 ml を室温で 30 分を要して滴下した。滴下後、30 分間攪拌を行った。無色の 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩が析出していた。この亜鉛塩の分散液を、さらに 90 °C に加温し、90 °C で 2 時間攪拌した。室温に冷却後、結晶を濾過、水洗後、50 °C で 24 時間乾燥を行い、無色結晶の 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩 15. 8 g を得た。

## 【0095】融点 135～155 °C

なお、濾過は、直径 9.5 mm の桐山式ロートを用い、N o. 5 濾紙 [日本理化学器械 (株) 製] を使用して行った。濾過に要した時間は 5 分で、液切れも良く、濾過性は非常に良好であった。

## 【0096】実施例3 (2-ベンジルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の製造)

26

実施例 2 において 2-フェニルオキシカルボニルアミノ安息香酸の代わりに、2-ベンジルカルボニルアミノ安息香酸を用いた以外は、実施例 2 に記載した方法に従い、2-ベンジルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩を製造した。

## 【0097】融点 100～101 °C

なお、濾過は、直径 9.5 mm の桐山式ロートを用い、N o. 5 濾紙 [日本理化学器械 (株) 製] を使用して行った。濾過に要した時間は 5 分で、液切れも良く、濾過性は非常に良好であった。

## 【0098】実施例4 [4-(4'-ニトロフェニルカルボニルアミノ)安息香酸の亜鉛塩の製造]

実施例 2 において 2-フェニルオキシカルボニルアミノ安息香酸の代わりに、4-(4'-ニトロフェニルカルボニルアミノ)安息香酸を用いた以外は、実施例 2 に記載した方法に従い、4-(4'-ニトロフェニルカルボニルアミノ)安息香酸の亜鉛塩を製造した。

## 【0099】融点 &gt;300 °C

なお、濾過は、直径 9.5 mm の桐山式ロートを用い、N o. 5 濾紙 [日本理化学器械 (株) 製] を使用して行った。濾過に要した時間は 5 分で、液切れも良く、濾過性は非常に良好であった。

## 【0100】比較例1 (2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の製造)

2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸 15. 0 g のメタノール懸濁溶液 (50 ml) に対して、炭酸水素ナトリウム 4. 6 g を溶解させた水溶液 100 ml を室温で 15 分要して滴下した後、室温でさらに 2 時間攪拌した。該 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸ナトリウム水溶液に硫酸亜鉛七水和物 8. 0 g を溶解させた水溶液 100 ml を室温で 30 分を要して滴下した。滴下後、30 分間攪拌を行った。無色の 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩が析出していた。この亜鉛塩の分散液を、さらに室温で 2 時間攪拌した。析出している固体を濾過し、水洗後、50 °C で 24 時間乾燥を行い、無色の 2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩 15. 8 g を得た。濾過は、直径 9.5 mm の桐山式ロートを用い、N o. 5 濾紙 [日本理化学器械 (株) 製] を使用して行った。濾過に要した時間は 30 分と長時間を要し、作業効率は悪かった。

## 【0101】実施例5 (2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の結晶の製造)

2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩のアモルファス体 25. 5 g を、水溶液 (200 ml) 中に分散させ、この亜鉛塩の分散液を 80 °C に加温し、80 °C で 4 時間攪拌処理した。室温に冷却後、結晶を濾過し、水洗後、50 °C で 24 時間乾燥を行い、2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の結晶 25. 5 g を得た。

27

## 【0102】融点 135~155℃

この亜鉛塩の結晶は、Cu-K $\alpha$ 線による粉末X線回折法において、回折角(2θ)7.8°に強いピークを示すX線回折図を示す。そのX線回折図を図1に示した。

【0103】なお、回折角(2θ)の表示においては、通常、±0.2°程度の誤差はあるものである。

【0104】参考例1 (2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩のアモルファス体の製造)

実施例2で製造した2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩を、110℃で1時間放置した。該固体のCu-K $\alpha$ 線による粉末X線回折図を、図2に示した。この回折図より、該固体が実質的にアモルファス(無定型)であることが判明した。

【0105】本発明の方法により製造された一般式(1)で表される安息香酸の亜鉛塩の結晶は、参考例に

28

記載の方法で製造された安息香酸の亜鉛塩のアモルファス体と比較して、嵩密度が高いため、該化合物を、例えば感熱記録材料の電子受容性化合物として使用する際して、例えば計量時または輸送時において空気中へ飛散することなどがない、取扱い上の作業性が良好であった。

## 【0106】

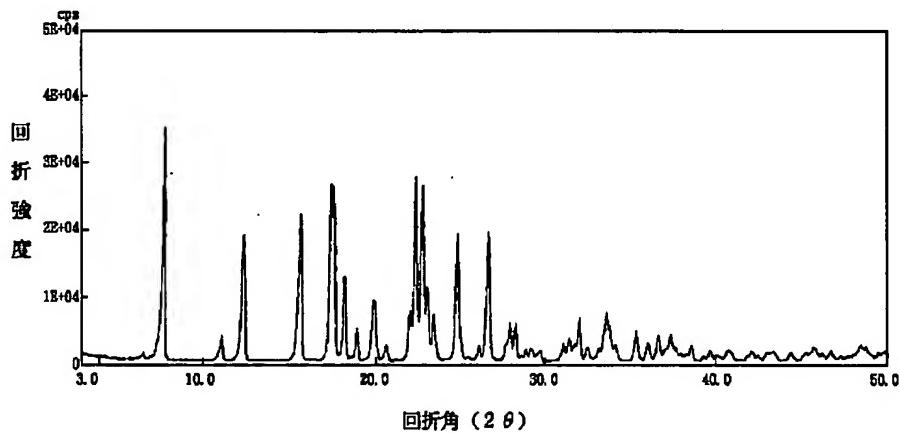
【発明の効果】本発明により、記録材料用の電子受容性化合物として有用な特定構造の安息香酸誘導体の多価金属塩を効率良く製造することが可能になり、また、特定構造の安息香酸誘導体の多価金属塩のアモルファス体から結晶を簡便に製造することが可能になった。

## 【図面の簡単な説明】

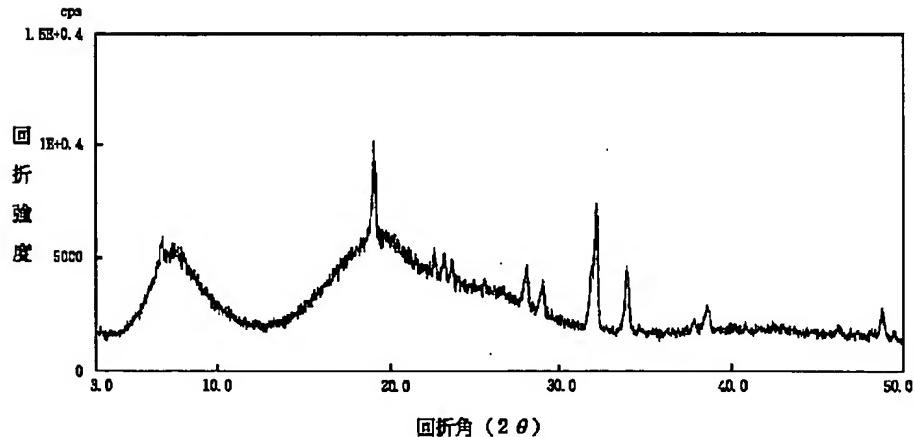
【図1】2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩の結晶のX線回折図を示す。

【図2】2-フェニルオキシメチルカルボニルアミノ安息香酸の亜鉛塩のアモルファス体のX線回折図を示す。

【図1】



【図2】



## フロントページの続き

(51) Int.Cl.<sup>6</sup> 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所  
C 07 C 233/55 7106-4H  
233/87 7106-4H  
327/40 7106-4H

(72) 発明者 ▲来▼田 丈太郎  
神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
東圧化学株式会社内

(72) 発明者 中塚 正勝  
神奈川県横浜市栄区笠間町1190番地 三井  
東圧化学株式会社内